SPME-GC/MS による水試料中 1,4-ジオキサン、エピクロロヒドリン、2-MIB 及びジェオスミンの一斉分析

＜要旨＞　SPME-GC/MS による 1,4-ジオキサン、エピクロロヒドリン、2-MIB 及びジェオスミンの一斉分析の検討を行い、分析の効率化、迅速化を図りました。SPME ファイバーは、分子量の小さい化合物に対する吸着力が強い Carboxen/PDMS ファイバーを用い、対象成分の基準値/目標値の 1/10 の検出が可能でした。

Key Words: 固相マイクロ抽出（SPME）、1,4-ジオキサン、エピクロロヒドリン、2-MIB、ジェオスミン、かび臭、GC/MS

＊＊＊＊＊＊＊

1. はじめに

1,4-ジオキサン、エピクロロヒドリン、2-メチルイソボルネオール（2-MIB）及びジェオスミンは、一般に固相抽出、パージトラップあるいはヘッドスペースの前処理と GC/MS の組み合わせにより分析が行われています。これらの対象成分の中で、エピクロロピドリンは、log Pow が 0.26 であること及び目標値が 0.0004mg/L と極低濃度なため､他の成分に比較すると分析が困難です。そのため、パージトラップ GC/MS による個別分析が用いられています。一方、固相マイクロ抽出（SPME）法は溶媒を用いずに抽出/濃縮が行える簡便な手法として、様々な分析に用いられています。本アプリケーションノートでは、分析の効率化、迅速化を図るために、SPME-GC/MS による 1,4-ジオキサン、エピクロロヒドリン、2-MIB 及びジェオスミンの一斉分析の検討を行いました。

2. 測定条件

装置: Gerstel MPS2 + Agilent 7890A/5975C TA（SPME）
SPME ファイバー：Carboxen/PDMS（85μm）
試料：10ml（塩化ナトリウム 3g）/20ml バイアル
サロゲート： 1,4-ジオキサン-d_8（100ng），エピクロロヒドリン-d_5（5ng），ジェオスミン-d_3（0.1ng）
SPME 条件：加熱温度　80℃，抽出時間　30 分間
（GC）
注入口温度: 300℃（スプリットレス 1min）
カラム: DB-1301 60m, 0.32mm, 1.0μm
オーブン: 40℃(5min)-10℃/min-260℃(5min)
カラム流量: 1.5ml/min（定流量モード）
インターフェース温度: 260℃
（MS）
イオン化モード: EI, 電子エネルギー: 70eV
イオン源温度: 230℃
ゲイン係数：2
測定モード: 選択イオン検出法（SIM）
モニターイオン：1,4-ジオキサン-d_8（96, 64）、1,4-ジオキサン（88, 58）、エピクロロヒドリン-d_5（34, 65）、エピクロロヒドリン（57, 49）、2-MIB（95, 107, 108）、ジェオスミン-d_3（115, 129）、ジェオスミン（112, 111, 125）

3. 結果及び考察

Fig.1 に、対象成分及びそれらの重水素標識体の SIM クロマトグラムを示しました。1,4-ジオキサン及びジェオスミンは、定量イオン（ベースピーク）によりそれらの重水素標識体と良好な分離が得られました。エピクロロヒドリンとその重水素標識体では、共通する *m/z* により干渉があるため、定量イオンとして、エピクロロヒドリンは *m/z* 57、エピクロロヒドリン-d5 は *m/z* 34 を選択しました。

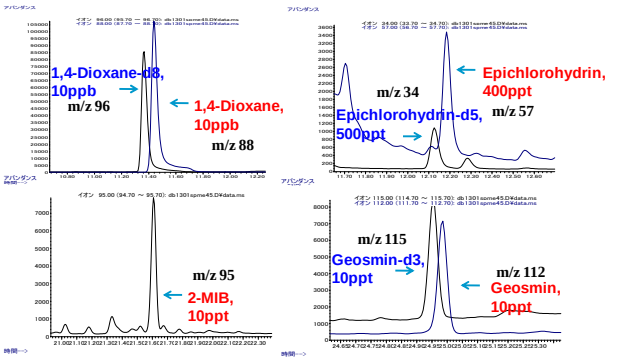

Fig.1 対象成分及びそれらの重水素標識体の SIM クロマトグラム

Fig.2 に、標準水試料（1,4-ジオキサン 1、5μg/L（ppb）、エピクロロヒドリン 40ng/L（ppt）、2-MIB 1ng/L、ジェオスミン 1ng/L）及びブランクの SIM クロマトグラムを示しました。Table 1 に、1,4-ジオ

キサン 1μg/L、エピクロロヒドリン 40ng/L、2-MIB 1ng/L 及びジェオスミン 1ng/L のピーク面積値の繰り返し再現性（n=6、内部標準法）を示しました。RSD で、2.0 から 7.7%と良好な結果でした。Fig.3 に、検量線（内部標準法）を示しました。濃度範囲は、1,4-ジオキサン 1－100μg/L、エピクロロヒドリン 40－4000ng/L、2-MIB 及びジェオスミン 1- 100ng/L としました。決定係数は、それぞれ 0.9994、0.9996、0.9985、0.9994 と良好な結果でした。

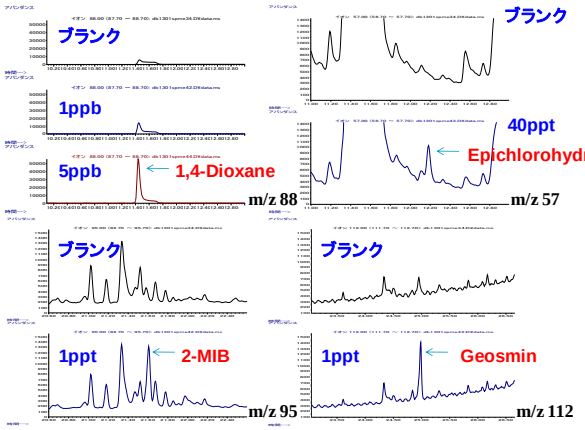

Fig.2　標準水試料（1,4-ジオキサン 1、5μg/L（ppb）、エピクロロヒドリン 40ng/L（ppt）、2-MIB　1ng/L、ジェオスミン 1ng/L）及びブランクの SIM クロマトグラム

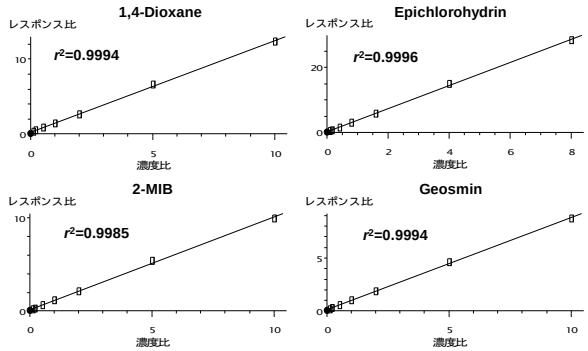

Fig.3　1,4-ジオキサン、エピクロロヒドリン、2-MIB 及びジェオスミンの検量線（内部標準法）

Table 1 1,4-ジオキサン 1μg/L、エピクロロヒドリン 40ng/L、2-MIB　1ng/L 及びジェオスミン 1ng/L の繰り返し再現性（n=6、内部標準法）

#	Compounds	Run 1	Run 2	Run 3	Run 4	Run 5	Run 6	Average	SD	RSD(%)
1	1,4-Dioxane	1.066	1.027	0.992	1.037	0.985	0.965	1.012	0.038	3.7
2	Epichlorohydrin	34.130	36.690	38.768	41.407	41.949	40.364	38.885	3.012	7.7
3	2-MIB	1.036	1.018	1.008	1.030	1.205	1.005	1.050	0.077	7.3
4	Geosmin	0.910	0.881	0.897	0.870	0.912	0.914	0.897	0.018	2.0

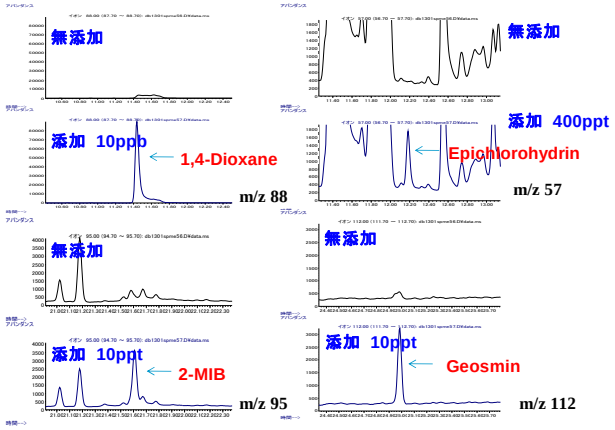

Fig.4　対象成分添加水道水（添加濃度 1,4-ジオキサン 10μg/L、エピクロロヒドリン 400ng/L、2-MIB 10ng/L、ジェオスミン 10ng/L）及び無添加水道水の SIM クロマトグラム

Fig.4 に対象成分を添加した水道水（添加濃度 1,4-ジオキサン 10μg/L、エピクロロヒドリン 400ng/L、2-MIB 10ng/L、ジェオスミン 10ng/L）及び無添加水道水における各成分の SIM クロマトグラムを示しました。各対象成分のピーク面積値の繰り返し再現性（n=5）は、1.4－2.4%でした。

4. まとめ

SPME－GC/MS による 1,4-ジオキサン、エピクロロヒドリン、2-MIB 及びジェオスミンの一斉分析法を開発し、基準値/目標値の 1/10 の検出が可能でした。SPME ファイバーは分子量の小さい化合物への吸着力が強い Carboxen/PDMS ファイバーを用い、抽出条件は 80℃30 分でヘッドスペース相をサンプリングしました。

【GCMS-201007NK-003】

本資料に記載の情報、説明、製品仕様等は予告なしに変更することがあります。

アジレント・テクノロジー株式会社
〒192-8510 東京都八王子市高倉町 9-1
www.agilent.com/chem/jp

Agilent Technologies